

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-157340

(43)Date of publication of application : 18.06.1996

(51)Int.Cl.

A61K 7/06  
A61K 7/075  
A61K 7/08  
A61K 7/13

(21)Application number : 06-331820

(71)Applicant : SEIWA KASEI:KK

(22)Date of filing : 08.12.1994

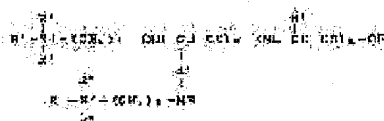
(72)Inventor : YOSHIOKA MASATO  
SHINTANI HIROSHI  
ADACHI TAKASHI  
SEGAWA EMI

## (54) HAIR COSMETIC

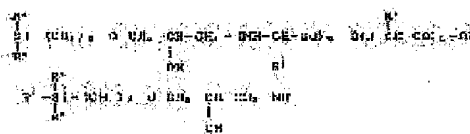
## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a hair cosmetic containing a silylated peptide and a silicone, capable of preventing the damage to hair, imparting luster, moisture and flexibility to the hair, preventing the branching of the hair, improving the combing property of the hair, and excellent in storage stability.

**CONSTITUTION:** The hair cosmetic contains as active ingredients 0.2-5wt.% of a silicone and 0.05-30wt.% of a silylated peptide of formula I or II (R1-R3 are 1-3C alkyl, OH; R4 is the terminal amino group-removed residue of a basic amino acid having an amino group at the end of a side chain; R5 is an amino acid side chain excluding R4; a is 1, 3; m is 0-200; n is 0-200; m+n=1-200) wherein a functional group containing only a silicon atom is covalently bound to the amino group of the peptide containing the amino group of the amino acid side chain. The hair cosmetic can be prepared in the form of a shampoo, a conditioning shampoo, a pre-shampoo, a hair rinse, a hair conditioner, a hair treatment agent, a hair cream, a hair-dressing agent, a permanent wave agent, a hair dyeing agent, etc.



I



II

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.03.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3446980

[Date of registration] 04.07.2003  
[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-157340

(43)公開日 平成8年(1996)6月18日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/06  
7/075  
7/08  
7/13

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 20 頁)

(21)出願番号 特願平6-331820

(22)出願日 平成6年(1994)12月8日

(71)出願人 000147213

株式会社成和化成

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号

(72)発明者 吉岡 正人

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

(72)発明者 新谷 博

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

(72)発明者 安達 敬

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

(74)代理人 弁理士 三輪 鐵雄

最終頁に続く

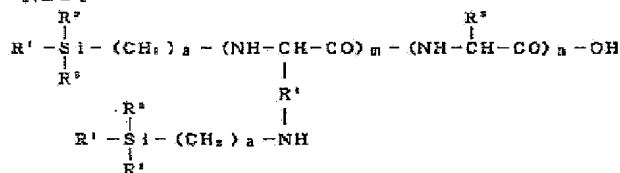
(54)【発明の名称】 毛髪化粧料

(57)【要約】

【目的】 毛髪に損傷を防止し、毛髪に艶、潤い、柔軟性を付与し、枝毛を防止し、毛髪の櫛通り性を改善し、保存安定性の優れた毛髪化粧料を提供する。

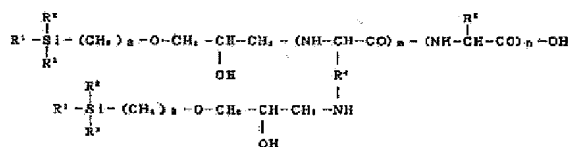
【構成】 シリコーンO、2～5重量%と、アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチド、例えば、つぎの一般式 (I) または (II) で表されるシリル化ペプチドを0.05～30重量%配合して、毛髪化粧料を構成する。

【化1】



(I)

【化2】



(II)

〔式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>は炭素数1～3のアルキル基または水酸基、R<sup>4</sup>は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基、R<sup>5</sup>はR<sup>4</sup>以外のアミノ酸側鎖、aは1または3、mは0～200、nは0～200、m+nは1～200である〕

1

2

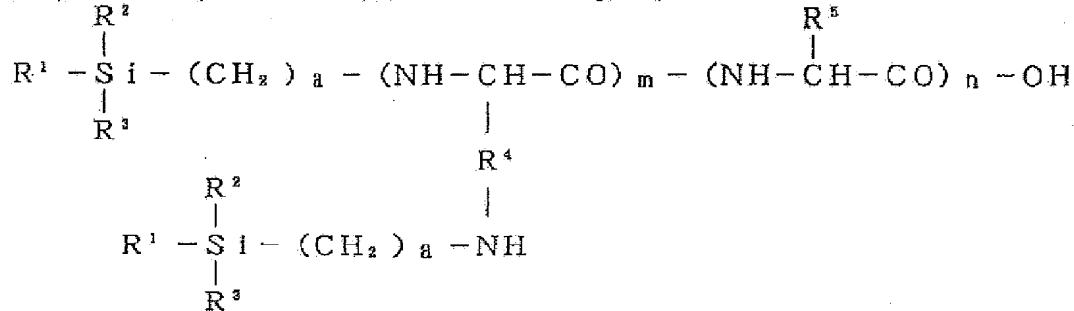
【特許請求の範囲】

【請求項1】 アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチドと、シリコンを配合したこと

を特徴とする毛髪化粧料。

【請求項2】 シリル化ペプチドが、下記の一般式 (I)

【化1】



(I)

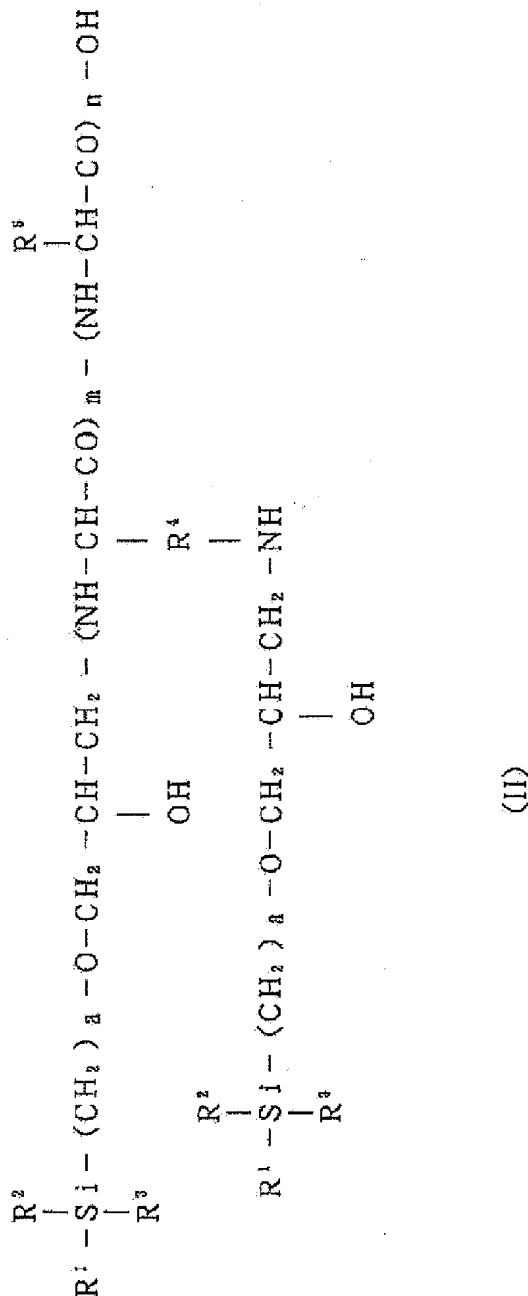
〔式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$  は炭素数1～3のアルキル基または水酸基を示し、これらの $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$  はすべて同じでもよく、また異なってもよい。 $\text{R}^4$ は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、 $\text{R}^5$  は $\text{R}^4$  以外のアミノ酸側鎖を示し、 $a$  は1または3で、 $m$ は0～200、 $n$ は0～200、 $m+n$ は1～200である（ただし、 $m$ および $n$ はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕で表されるシリル化ペプチド、または、下記の一般式 (II)

【化2】

30

40

50



〔式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  は炭素数１～３のアルキル基または水酸基を示し、これらの $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  はすべて同じでもよく、また異なっているもよい。 $R^4$  は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、 $R^5$  は $R^4$  以外のアミノ酸側鎖を示し、 $a$  は１または３で、 $m$  は０～２００、 $n$  は０～２００、 $m+n$  は１～２００である（ただし、 $m$  および  $n$  はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕で表されるシリル化ペプチドである請求項１記載の毛髪化粧料。

【請求項3】 シリル化ペプチドの配合量が0.05～30重量%で、シリコンの配合量が0.2～5重量%

である請求項1または2記載の毛變化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シャンプー、コンディショニングシャンプー、プレシャンプー、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント剤、ヘアクリーム、整髪料、パーマネントウェーブ用剤、染毛剤などの毛髪化粧料に関し、さらに詳しくは、毛髪の損傷を防止し、毛髪に艶、潤いを付与し、枝毛を防止し、毛髪の梳通り性を改善し、しかも保存安定性の優れた毛髪化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、シャンプー、ヘアリンス、ヘアトリートメント剤、整髪料、パーマネントウェーブ用剤、染毛剤などの毛髪化粧料に、加水分解タンパクや、カチオン化セルロース、シリコーンなどの高分子物質を配合して、洗髪、ブラッシング、ヘアドライヤーでの乾燥などによる毛髪の物理的損傷や、パーマネントウェーブ処理や染毛処理などの化学的処理による毛髪の損傷を防止し、損傷した毛髪を回復させることが試みられている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、カチオン化セルロースなどの多結晶は、洗髪時の毛髪に指通り性の改善や乾燥後の毛髪のボリュームアップには効果があるものの、洗髪や化学処理により毛髪のタンパク成分が溶出して毛髪に損傷が生じ、また、それに伴って毛髪の保湿性が低下したり、毛髪がパサツクようになったときに、それらを解消することができず、乾燥後にパサツキが出たり、櫛通り性が悪くなるという問題があった。

【0004】加水分解タンパクは、毛髪の損傷回復や潤いの付与という点では非常に有用であるが、光沢の付与や櫛通り性の改善という面では十分に満足できるものとはいえず、特に多量に配合した時にはベトツキを生じるという問題があった。

【0005】また、シリコーンは、光沢の付与や櫛通り性の改善には有用であるが、シリコーンは、本来、親油性（疎水性）物質であり、損傷の少ない毛髪、すなわち疎水性が強い毛髪には収着しやすいが、損傷毛、すなわち損傷によって親水性基が表面に露出してきて親水性が強くなった毛髪には収着しにくいといわれ、損傷毛に対しては、シリコーンオイルの有する特性を充分に発揮することができないという問題があった。さらに、シリコーンは、親油性物質であるため、水溶性のシャンプー、ヘアリンス、ヘアトリートメント剤、パーマネントウェーブ用剤や染毛剤に配合する際には、乳化剤によってシリコーンオイルが分離しないようにする必要があった。

【0006】従って、本発明は、毛髪の損傷や保湿性の低下、パサツキの発生などを防止し、しかも保存安定性の優れた毛髪化粧料を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意研究を重ねた結果、アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチドと、シリコーンを配合して毛髪化粧料を調製するときは、毛髪の損傷を防止し、毛髪に艶、潤い、柔軟性を付与し、枝毛を防止し、毛髪の櫛通り性を改善し、しかも保存安定性の優れた毛髪化粧料が得られることを見出し、本発明を完成するにいたった。

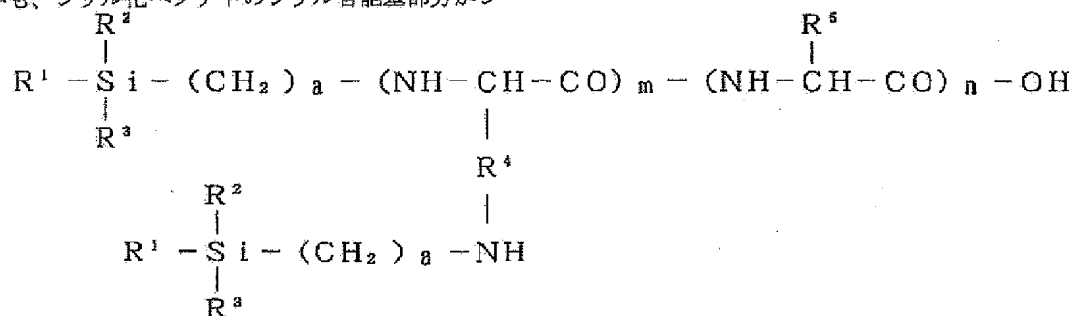
【0008】すなわち、上記シリル化ペプチドがペプチド部分の収着機構で毛髪に収着し、毛髪を保護し、毛髪に潤いを付与するとともに、シリル官能基部分がペプチド部分を介して毛髪に収着するので、毛髪の表面をなめらかにし、毛髪に艶や光沢を付与し、毛髪の櫛通り性を改善するとともに、櫛通しによる枝毛の発生を防止する。しかも、シリル化ペプチドのシリル官能基部分がシ

リコーンと相溶性を有するので、シリコーンの乳化安定性を向上させ、光沢の付与や櫛通り性の改善、撥水性の付与、枝毛の防止といったシリコーンの特性をより効率よく発揮させる。このようにシリル化ペプチドがシリコーンの乳化安定性を向上させて、シリコーンの特性をより一層顕著に発揮させるので、シリル化ペプチドとシリコーンを併用して配合するときは、それらをそれぞれ単独で配合するときよりも、毛髪の損傷防止作用、毛髪への艶、潤いの付与作用、枝毛の防止作用、毛髪の櫛通り性の改善作用などがよりよく発揮されるようになる。

【0009】上記アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチドとしては、例えば、下記的一般式 (I)

【0010】

【化3】

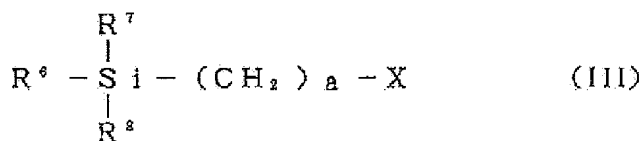
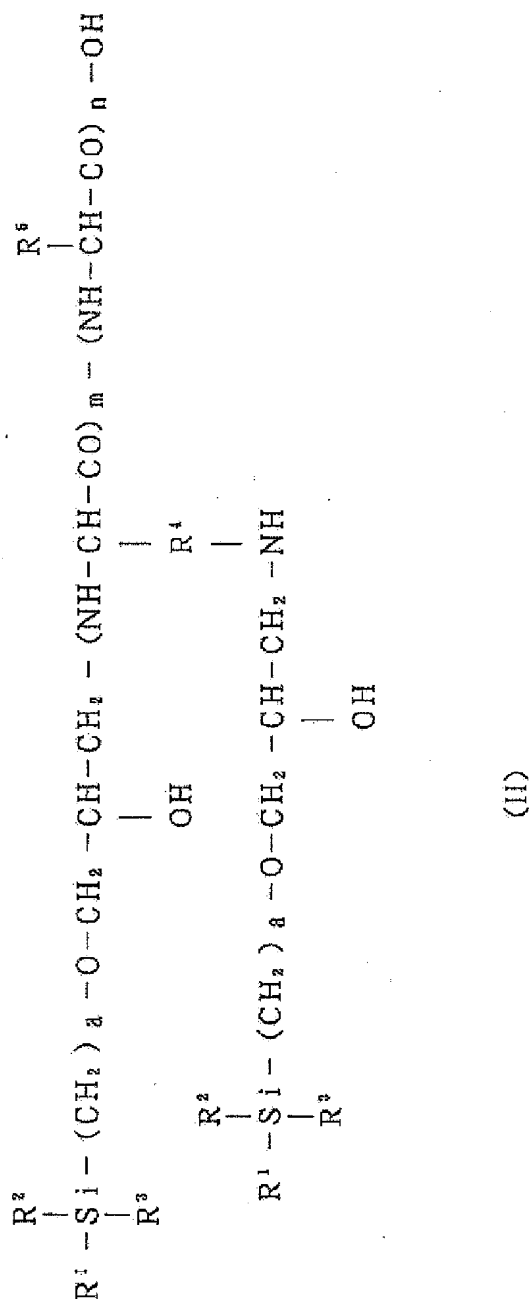


(I)

【0011】〔式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  は炭素数1～3のアルキル基または水酸基を示し、これらの $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  はすべて同じでもよく、また異なっているもよい。 $R^4$ は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、 $R^5$ は $R^4$ 以外のアミノ酸側鎖を示し、 $a$ は1または3で、 $m$ は0～200、 $n$ は0～200、 $m+n$ は1～200である（ただし、 $m$ および $n$ はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕で表されるシリル化ペプチド、または下記的一般式 (II)

【0012】

【化4】



【0017】〔式中、 $R^6$ 、 $R^7$ 、 $R^8$  は炭素数1～3のアルキル基、炭素数1～3のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらの $R^6$ 、 $R^7$ 、 $R^8$  はすべて同じでもよく、また異なってもよい。 $a$ は1または3で、 $X$ はCl、Br、F、Iなどのハロゲン原

【0013】〔式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  は炭素数1～3のアルキル基または水酸基を示し、これらの $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$  はすべて同じでもよく、また異なっているもよい。 $R^4$  は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、 $R^5$  は $R^4$  以外のアミノ酸側鎖を示し、 $a$  は1または3で、 $m$  は0～200、 $n$  は0～200、 $m+n$  は1～200である（ただし、 $m$  および  $n$  はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕で表されるシリル化ペプチドが代表的なものとして挙げられる。

【0014】本発明の毛變化粧料は、上記のシリル化ペプチドとシリコーンを必須成分として調製されるが、それらについて詳しく説明すると、以下のとおりである。

【0015】[シリル化ペプチド] 上記一般式(I)で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記の一般式(III)

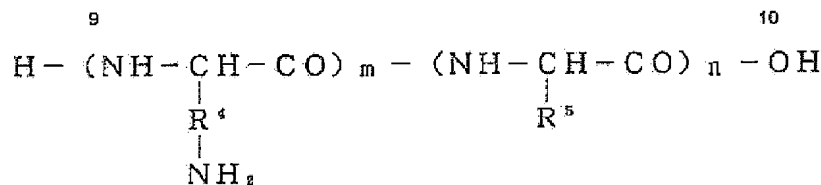
【0016】

【化5】

子を示す] で表されるシリル化合物と、下記の一般式  
(IV)

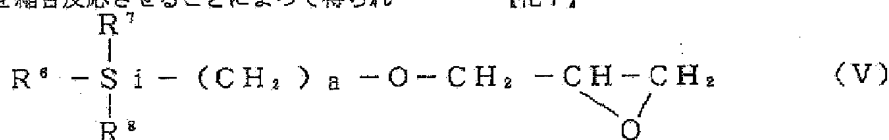
【 0 0 1 8 】

【化6】



## (IV)

【0019】〔式中、 $\text{R}^4$  は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸のアミノ基を除く残基を示し、 $\text{R}^5$  は $\text{R}^4$  以外のアミノ酸の側鎖を示し、 $m$ は0~200、 $n$ は0~200、 $m+n$ は1~200である〕で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得られ



【0022】〔式中、 $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$  は炭素数1~3のアルキル基、炭素数1~3のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらの $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$  はすべて同じでもよく、また異なってもよい。 $a$ は1または3を示す〕で表されるシリル化合物と、上記の一般式 (IV) で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得られる。

【0023】〔シリル化ペプチドの特性〕一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドは、その化学構造式からも明かなように、それぞれ一般式 (III) で表されるシリル化合物や一般式 (V) で表されるシリル化合物に基づくケイ素原子を含むシリル官能基部分と、一般式 (IV) で表されるペプチド類に基づくペプチド部分を有するので、これを毛髪化粧料に配合すると、シリル官能基部分の有する優れた伸展性、摩擦低減性、艶や光沢の付与作用、撥水性の付与作用などと、ペプチド部分の有する毛髪への収着作用、それに伴う毛髪のボリュームアップ、ハリの付与、造膜による保護作用、保湿作用などを同時に発揮させることができる。しかも、ペプチド類は、損傷毛への収着性が良いので、上記シリル化ペプチドは、高分子量のシリコンオイルでは収着しにくい損傷毛にペプチド部分を介してシリル官能基を収着させることができるので、損傷毛の感触を改善するとともに、強度の回復に寄与することができる。

【0024】従って、このシリル化ペプチドを配合して毛髪化粧料を調製すると、上記シリル化ペプチドが毛髪に艶や潤いを付与し、毛髪をなめらかにし、かつ毛髪の櫛通り性を改善し、枝毛、切毛の発生を防止するとともに、損傷毛の強度を回復させる。

【0025】また、高分子量のシリコンオイルは一旦毛髪に付着すると取れにくく、そのため、パーマ、ブリーチ、染毛などの化学的処理を行ないにくくし、ペプチドやカチオン性ポリマーなどの毛髪への収着作用を減少

る。

【0020】また、一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記一般式 (V)

【0021】  
〔化7〕

させるという欠点があるが、上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドは、ペプチド部分に低分子量のシリル官能基が結合したものであって、毛髪には通常のペプチドの収着機構で収着するので、ペプチドを含まない洗浄剤で洗浄することにより、可逆的にシリル化ペプチドを毛髪上から脱着することができ、上記のような弊害を生じない。

【0026】一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$  を前記のように特定しているのは、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドが、水溶性を有し、水溶性の毛髪化粧料中での良好な保存安定性を保つようにするためである。また、 $a$  を1または3と特定しているのは、 $a$  が2の場合は一般式 (III) で表されるシリル化合物や一般式 (V) で表されるシリル化合物の状態での保存安定性が悪く、 $a$  が3より大きくなると、分子全体中でシリル官能基部分の占める割合が小さくなり、シリル官能基の有する性質を充分に発揮できなくなるためである。

【0027】〔シリル化ペプチドにおけるペプチド部分〕一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 $\text{R}^4$  は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基であるが、上記のような側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例えば、リシン、アルギニン、ヒドロキシリシンなどが挙げられる。また、 $\text{R}^5$  は $\text{R}^4$  以外のアミノ酸の側鎖を示すが、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリンなどが挙げられる。

【0028】一般式 (I) で表されるシリル化ペプチド



や一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 $m$ は0~200、好ましくは0より大きく50以下 ( $0 < m \leq 50$ )、より好ましくは0より大きく10以下 ( $0 < m \leq 10$ ) であり、 $n$ は0~200、好ましくは1~100、より好ましくは2~40であり、 $m+n$ は1~200、好ましくは2~100、より好ましくは3~50であるが、これは次の理由によるものである。

【0029】すなわち、 $m$ が上記範囲より大きくなると、側鎖のアミノ基に結合するシリル官能基が増え、ペプチド本来の毛髪への収着作用が減少し、 $n$ が上記範囲より大きくなると、ペプチド部分に対するシリル官能基部分の割合が少なくなり、シリル官能基部分が有する特性を十分に発揮することができなくなり、 $m+n$ が上記範囲より大きくなると、ペプチドとしての毛髪への収着性や浸透性が低分子量のペプチドに比べて減少する上に、保存中に凝集しやすくなり、保存安定性が低下する。

【0030】なお、上記の $m$ 、 $n$ や $m+n$ は、理論的には整数であるが、ペプチド部分が後述するような加水分解ペプチドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なるものの混合物として得られるため、測定値は平均値になる。

【0031】上記一般式 (IV) で表されるペプチド類には、アミノ酸、ペプチド、アミノ酸またはペプチドのエステルが含まれる。上記のアミノ酸としては、例えば、アラニン、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、プロリン、フェニルアラニン、チロシン、セリン、トレオニン、メチオニン、アルギニン、ヒスチジン、リシン、アスパラギン、アスパラギン酸、グルタミン、グルタミン酸、シスチン、システイン、システイン酸、トリプトファン、ヒドロキシプロリン、ヒドロキシリシン、 $\alpha$ -ホスホセリン、シトルリンなどが挙げられる。

【0032】上記ペプチドは、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質 (蛋白質) を酸、アルカリまたは酵素で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどである。

【0033】天然ペプチドとしては、例えば、グルタチオン、バシトラシンA、インシュリン、グルカゴン、オキシトシン、バソプレシンなどが挙げられ、合成ペプチドとしては、例えば、ポリグリシン、ポリリシン、ポリグルタミン酸、ポリセリンなどが挙げられる。

【0034】加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン (その変成物であるゼラチンも含む)、ケラチン、絹フィブリン、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米 (米糠) タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディタ属、エンドミコプシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌よ

り分離した酵母タンパク、キノコ類 (担子菌) より抽出したタンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリまたは酵素で部分的に加水分解して得られるペプチドなどが挙げられる。

【0035】上記アミノ酸またはペプチドのエステルとしては、上記アミノ酸またはペプチドのカルボキシ基における炭素数1~20の炭化水素アルコールとのエステル、例えば、メチルエステル、エチルエステル、プロピルエステル、イソプロピルエステル、ラウリルエステル、セチルエステル、2-エチルヘキシルエステル、2-ヘキシルデシルエステル、ステアリルエステルなどが挙げられる。

【0036】〔シリル化ペプチドの合成〕上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化合物や一般式 (V) で表されるシリル化合物と一般式 (IV) で表されるペプチド類とを接触反応させて得られたものであるが、一般式 (III) で表されるシリル化合物や一般式 (V) で表されるシリル化合物は、シランカップリング剤として市販されているものを使用することができる。そのようなシランカップリング剤としては、例えば、東芝シリコン (株) 製のTSL8390、TSL8219、TSL8395、TSL8326、TSL8325、TSL8320、TSL8355、TSL8350 (いずれも、商品名)、日本ユニカー (株) 製のA-143 (商品名)、東レ・ダウコーニング・シリコン (株) 製のSH6040、SH6076 (いずれも、商品名)、信越シリコン (株) 製のKMB403、KMB402、KMB703 (いずれも、商品名) などが挙げられる。

【0037】上記一般式 (III) で表されるシリル化合物や一般式 (V) で表されるシリル化合物と一般式 (IV) で表されるペプチド類との反応は、例えば、まず、シリル化合物を30~50℃の水中で5~20分間攪拌して加水分解することにより、ケイ素原子の結合するアルコキシ基やハロゲン原子を水酸基に変換した後、この水酸基化したシリル化合物を一般式 (IV) で表されるペプチド類の溶液に滴下し、両者を接触させることによって行われる。

【0038】上記反応に際して、ペプチド類は30~50重量%程度の水溶液にするのが好ましく、水酸基化したシリル化合物の滴下は30分~5時間で終了するのが好ましい。

【0039】一般式 (III) で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応時、反応によってハロゲン化水素が生成して反応後のpHが低下するので、反応と同時に水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ溶液を滴下して、反応系内のpHを8~11、特に9~10に保つことが好ましい。また、一般式 (V) で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応によるpHの低下は生じ

ないが、反応は塩基性で進行するので、ペプチド溶液の pH を 8~11、特に 9~10 にしておくことが好ましい。

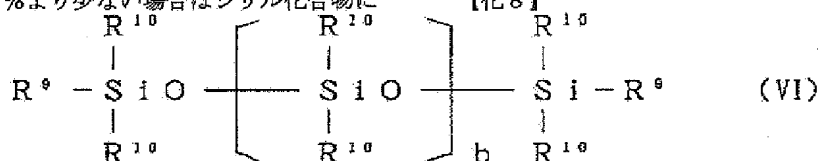
【0040】反応は常温でも進行するが、温度は高くなるほど反応速度は速くなる。しかし、pH が高い状態で温度が高くなるとシリル化合物の加水分解が促進されるため、高くても 70℃ 以下にすることが好ましく、特に 40~60℃ で行うのが好ましい。

【0041】反応の進行と終了は、ファン・スレーク (Van Slyke) 法により、反応中のペプチド類のアミノ態窒素量を測定することによって確認することができる。

【0042】反応終了後、反応液は中和した後、適宜濃縮して、イオン交換樹脂、透析膜、電気透析、ゲル濾過、限外濾過などによって精製し、液体のまま、あるいは粉末化して毛髪化粧料の調製に供される。

【0043】上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドにおいて、ペプチドのアミノ基へのシリル官能基（すなわち、ケイ素原子をただ一つ含む官能基）の導入率は 50% 以上 85% 以下が好ましい。シリル官能基の導入率が 50% より少ない場合はシリル化合物に基づく特性が十分に発揮されないおそれがあり、また 85% より多くなると疎水性が増して親水性が減少するおそれがある。

【0044】また、一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドにおいて、ペプチドのアミノ基へのシリル官能基の導入率は 50% 以上 75% 以下が好ましい。シリル官能基の導入率が 50% より少ない場合はシリル化合物に



【0050】【式中、R<sup>9</sup> はメチル基、メトキシ基または水酸基で、R<sup>10</sup> はメチル基またはフェニル基で、R<sup>10</sup> のすべてがフェニル基になることはなく、b は 0~3000 である】で表される鎖状ジメチルポリシロキサンまたは鎖状メチルフェニルポリシロキサン。

【0051】このような一般式 (VI) で表される鎖状ジメチルポリシロキサンまたは鎖状メチルフェニルポリシロキサンの具体例としては、例えば、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、ヘキサデカメチルヘプタシロキサンや

基づく特性が十分に発揮されないおそれがあり、また 75% より多くなると疎水性が増して親水性が減少するおそれがある。

【0045】一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドや一般式 (II) で表されるシリル化ペプチドの毛髪化粧料への配合量（毛髪化粧料中での含有量）としては、0.05~30 重量% が好ましく、特に 0.5~15 重量% がより好ましい。すなわち、シリル化ペプチドの毛髪化粧料への配合量が、上記範囲より少ない場合は、毛髪に艶や潤いを付与したり、毛髪を保護したり、櫛通り性を改善したり、シリコンの乳化安定性を向上させる効果が十分に発揮されず、また、シリル化ペプチドの毛髪化粧料への配合量が上記範囲より多くなっても、配合量の増加に伴う効果の増加が認められない上に、配合量が極端に多くなるとベトツキを生じるようになるからである。そして、毛髪化粧料への配合にあたって、上記シリル化ペプチドは単独で用いてもよいし、2 種以上を混合して用いてもよい。

【0046】【シリコン】シリコンは、毛髪の表面をなめらかにし、毛髪に艶、光沢を与え、毛髪の櫛通り性を改善し、櫛通しによる枝毛の発生を防止すると共に、毛髪に収着した時には毛髪上に皮膜を形成し、洗髪などに伴う毛髪からのタンパク成分の溶出を防止する。

【0047】このようなシリコンとしては、例えば、次の一般式 (VI) ~ (XII) に示すものが挙げられる。

【0048】一般式 (VI)

【0049】

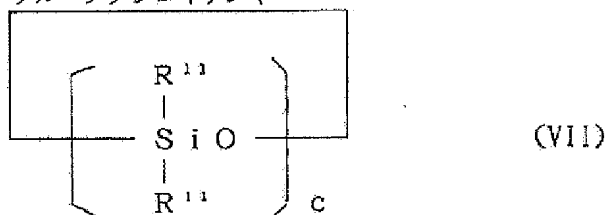
【化 8】

b が 3000 以下の鎖状ジメチルポリシロキサン、b が 3000 以下の鎖状メチルフェニルポリシロキサンなどが挙げられ、商品名で例示すると、例えば、東レ・ダウコーニング・シリコン社製の SH200C-50cs、SF557（いずれも、商品名）などが挙げられる。

【0052】一般式 (VII)

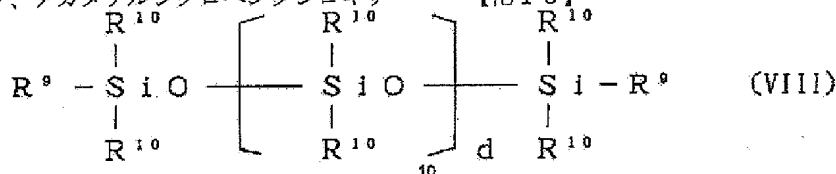
【0053】

【化 9】



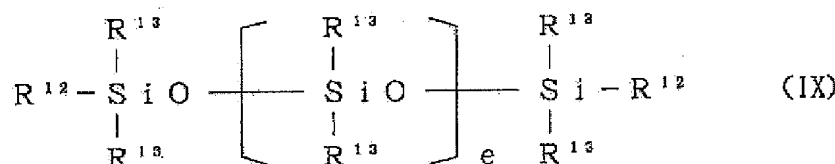
【0054】〔式中、 $R^{11}$  はメチル基またはフェニル基で、 $c$  は3~7である〕で表される環状シリコーン。

【0055】このような一般式 (VII) で表される環状シリコーンの具体例としては、例えば、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサ



【0058】〔式中、 $R^9$  および  $R^{10}$  は前記の一般式 (VI) の場合と同じであり、 $d$  は3000~20000である〕で表されるシリコーン樹脂。

【0059】このような一般式 (VIII) で表されるシリコーン樹脂の具体例としては、例えば、高分子量のジメチルポリシロキサンまたはメチルフェニルポリシロキサ

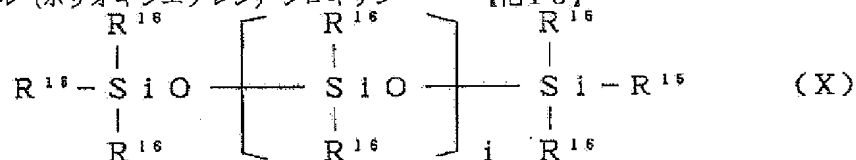


【0062】〔式中、 $R^{12}$  はメチル基、メトキシ基、水酸基または下記的一般式 (A) で表される基であり、 $R^{13}$  はメチル基、フェニル基または下記的一般式 (A) で表される基であり、 $e$  は0~3000である。ただし、上記  $R^{12}$  のすべてが下記的一般式 (A) で表される基になることはないが、少なくとも1個は下記的一般式

(A) で表される基であり、また  $R^{13}$  のすべてが一般式

【0065】〔式中、 $R^{14}$  は水素、炭素数1~3のアルキル基または炭素数1~3のアルコキシ基であり、 $f$  は1~5、 $g$  は0~500、 $h$  は0~500である〕

【0066】このような一般式 (IX) で表されるポリエーテル変成シリコーンの具体例としては、例えば、ジメチルシロキサン・メチル (ポリオキシエチレン) シロキサン共重合体 [東レ・ダウコーニング・シリコーン社製のSH3771C、SH3772C、SH3773C、SH3775C、SH3746 (いずれも、商品名)、東芝シリコーン社製のTSF4440、TSF4445、TSF4446 (いずれも、商品名)]、ジメチルシロキサン・メチル (ポリオキシエチレン) シロキサン



【0069】〔式中、 $R^{15}$  はメチル基、メトキシ基または水酸基であり、 $R^{16}$  はメチル基、フェニル基または下記的一般式 (B) で表される基もしくは下記の一

ン、テトラデカメチルシクロヘプタシロキサンなどが挙げられる。

【0056】一般式 (VIII)

【0057】

【化10】

ンで、東レ・ダウコーニング・シリコーン社製のSH5500 (商品名)、東芝シリコーン社製のTSA750 (商品名) などが挙げられる。

【0060】一般式 (IX)

【0061】

【化11】

(A) で表される基になることはないが、少なくとも1個は一般式 (A) で表される基である〕で表されるポリエーテル変成シリコーン。

【0063】一般式 (A)

【0064】

【化12】



・メチル (ポリオキシプロピレン) シロキサン共重合体 [東レ・ダウコーニング・シリコーン社製のSH3748、SH3749 (いずれも、商品名)、東芝シリコーン社製のTSF4452 (商品名)、信越シリコーン社製のKF351A、KF352A、KF353A、KF610A (いずれも、商品名)]、ジメチルシロキサン・メチル (ポリオキシプロピレン) シロキサン重合体 [東芝シリコーン社製のTSF4460 (商品名)] などが挙げられる。

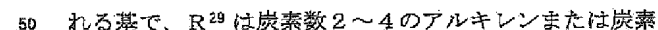
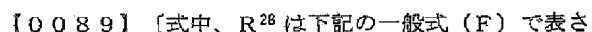
【0067】一般式 (X)

【0068】

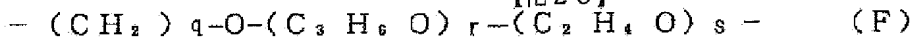
【化13】

(C) で表される基であり、 $i$  は0~3000である。ただし、上記  $R^{16}$  のすべてが下記的一般式 (B) で表される基もしくは一般式 (C) で表される基になることは

【化】5】



数2~4のヒドロシアルキレンであり、R<sup>30</sup>はペプチドを構成する種々のアミノ酸側鎖であり、pは2~30である)



【0092】〔式中、qは1~5、rは0~500、sは0~500である〕

【0093】このような一般式 (XII) で表されるペプチド変成シリコーンの具体例としては、例えば、エポキシ変成シリコーン〔チッソ社製サイブレンFM0511、FM0521 (いずれも、商品名)〕と動植物または微生物由来のタンパク誘導ペプチドとの反応物などが挙げられる。

【0094】これらのシリコーンは、それぞれ単独で用いることができるし、また、2種以上混合して用いることもできる。

【0095】そして、このシリコーンの毛髪化粧料中への配合量 (毛髪化粧料中での含有量) としては、0.2~5重量%、特に0.5~2重量%の範囲が好ましい。つまり、シリコーンの毛髪化粧料中への配合量が上記範囲より少ない場合は、シリコーンの効果が充分に発揮されず、また、シリコーンの毛髪化粧料中への配合量が上記範囲より多くなっても、配合量の増加に伴う効果の増加はほとんど認められず、シリル化ペプチドの配合量が少ない場合は、水溶性の化粧料中でシリコーンが会合して沈殿物や層分離を生じ、商品価値を損なうことになるからである。

【0096】本発明の毛髪化粧料は、例えば、シャンプー、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント剤、ヘアクリーム、整髪料、パーマネントウェーブ剤、染毛剤などを対象とし、それらの毛髪化粧料に通常必要とされる成分を配合した上で、上記のシリル化ペプチドおよびシリコーンを配合することによって調製される。ただし、配合の順序はいずれが先であってもよく、例えば、シャンプー、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント剤、ヘアクリーム、整髪料、パーマネントウェーブ剤、染毛剤として調製済みのものにシリル化ペプチドとシリコーンを配合してもよいし、また、それらの毛髪化粧料の調製時に、他の成分と共にシリル化ペプチドとシリコーンを配合してもよい。

【0097】上記シリル化ペプチドとシリコーンは、種々の他の成分と併用可能であり、それぞれの毛髪化粧料において、必要に応じ、適宜他の成分と併用される。

【0098】そのような成分としては、例えば、ラウリル硫酸アンモニウム、ラウリル硫酸エタノールアミン、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミンなどのアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレン (2EO) ラウリルエーテル硫酸トリエタノールアミン (なお、EOはエチレンオキシドで、EOの前の数値はエチレンオキシドの付加モル数を示す)、ポリオキシエチレン (3EO) アルキル (炭素数11~15のいずれ

【0090】一般式 (F)

【0091】

【化20】

かまたは2種以上の混合物) エーテル硫酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ラウリルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミンなどのアルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレン (3EO) トリデシルエーテル酢酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、ヤシ油脂肪酸サルコシナトリウム、ラウロイルサルコシントリエタノールアミン、ラウロイルメチルーβ-アラニンナトリウム、ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウム、ラウロイル-L-グルタミン酸トリエタノールアミン、ヤシ油脂肪酸-L-グルタミン酸ナトリウム、ヤシ油脂肪酸-L-グルタミン酸トリエタノールアミン、ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム、ラウロイルメチルタウリンナトリウムなどのN-アシルアミノ酸塩、エーテル硫酸アルカンスルホン酸ナトリウム、硬化ヤシ油脂肪酸グリセリン硫酸ナトリウム、ウンデシレノイルアミドエチルスルホコハク酸二ナトリウム、オクチルフェノキシジエトキシエチルスルホン酸ナトリウム、オレイン酸アミドスルホコハク酸二ナトリウム、スルホコハク酸ジオクチルナトリウム、スルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキル (炭素数12~18) エーテルリン酸 (2~12EO)、ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸ナトリウム、ポリオキシエチレンセチルエーテルリン酸ナトリウム、ポリオキシエチレンスルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸ナトリウム、ラウリルスルホ酢酸ナトリウム、テトラデセスルホン酸ナトリウム、コラーゲン、ケラチン、フィブロイン、カゼイン、大豆、小麦、トウモロコシ、イモ類、酵母などの動植物や微生物由来のタンパク加水分解物を炭素数8~20の脂肪酸でアシル化したアシル化加水分解タンパクまたはそれらのナトリウム、カリウム、トリエタノールアミンなどの塩類などのアニオン性界面活性剤、2-アルキル-N-カルボキシメチルーN-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ウンデシル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインナトリウム、ウンデシル-N-ヒドロキシエチルーN-カルボキシメチルイミダゾリニウムベタイン、ステアリルジヒドロキシエチルベタイン、ステアリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ヤシ油アルキルベタイン、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン、ヤシ油アルキルーN-カルボキシエチルーN-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインナトリウム、ヤシ油アルキルーN-カルボキシエトキシエチルーN-カルボキシエチルイミダゾリニウムジナトリウムヒドロキシド、ヤシ油アルキルーN-カルボキシメトキシエチルーN-カルボ

10

20

30

40

50

キシメチルイミダゾリニウムジナトリウムラウリル硫酸、N-ヤシ油脂肪酸シル- $\alpha$ -アルギニンエチル-DL-ピロリドンカルボン酸塩などの両性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキル（炭素数12～14）エーテル（7EO）、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンオレイン酸グリセリル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンセチルステアリルジエーテル、ポリオキシエチレンソルビトールラノリン（40EO）、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンデシルテトラデシルエーテル、ポリオキシエチレンラノリン、ポリオキシエチレンラノリンアルコール、ポリオキシプロピレンステアリルエーテル、アルキルグリコシド、アルキルポリグリコシドなどのノニオン性界面活性剤、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化セトステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルビス（ジエチレングリコール）ヒドロキシエチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、臭化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ステアリルジエチルベンジルアンモニウム、臭化ベヘニルトリメチルアンモニウム、ヨウ化セチルトリメチルアンモニウム、塩化オレイルベンジルジメチルアンモニウム、塩化オレイルビス〔ポリオキシエチレン（15EO）〕メチルアンモニウム、塩化トリ〔ポリオキシエチレン（5EO）〕ステアリルアンモニウム、アルキルトリメチルアンモニウム塩、塩化ポリオキシプロピレンメチルジエチルアンモニウム、塩化ミンク油脂脂肪酸アミドプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム、アルキルピリジニウム塩、塩化- $\gamma$ -グルコンアミドプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムなどのカチオン性界面活性剤、カチオン化セルロース、カチオン化ヒドロキシエチルセルロース、カチオン化グアーガム、ポリ塩化ジアリルジメチルアンモニウム、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンイミンなどのカチオン性ポリマー、両性ポリマー、アニオン性ポリマーなどの合成ポリマー、イソステアリン酸ジエタノールアミド、ウンデシレン酸モノエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド、牛脂肪酸モノエタノールアミド、硬化牛脂肪酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸エタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸イソプロパノールアミド、ラウリン酸エタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ラノリン脂肪酸ジエタノールアミドなどの増粘剤、ワックス、パラフィン、脂肪酸エステル、グリセリド、動植物油などの油脂類、動

植物抽出物、コラーゲン、ケラチン、フィブリン、セリシン、カゼイン、大豆、小麦、トウモロコシ、イモ類、米（米糠）、酵母、キノコ類などの動植物または微生物由来のタンパク質の加水分解ペプチドやそのペプチドエステル誘導体、動植物または微生物由来のタンパク質の加水分解ペプチドのN-第4級アンモニウム誘導体類でトリメチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体、トリエチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体、ジエチルメチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体、ラウリルジメチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体、ヤシ油脂肪酸ジエチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体、ステアリルジメチルアンモニオ-2-ヒドロキシプロピル誘導体などのアルキル鎖が1～22の第4級アンモニウム誘導体、ポリサッカライドまたはその誘導体、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、エチレングリコール、グリセリン、ポリエチレングリコールなどの湿潤剤、エタノール、メタノール、プロパノール、イソプロパノールなどの低級アルコール類、セチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコールなどの高級アルコール類、L-アスパラギン酸、L-アスパラギン酸ナトリウム、DL-アラニン、L-アルギニン、グリシン、L-グルタミン酸、L-システイン、L-スレオニンなどのアミノ酸などを挙げることができる。

#### 【0099】

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、毛髪を保護し、毛髪に艶、光沢、潤いを付与する。特にシリル化ペプチドが、ペプチド部分を介してシリル官能基を毛髪に収着させるので、毛髪に艶や潤いを付与すると共に、毛髪の櫛通り性を改善し、櫛通しによる枝毛の発生を防止する。さらにシリル化ペプチドのシリル官能基部分を介してシリコンが毛髪に収着しやすくなり、毛髪上に皮膜を形成して、毛髪を保護する。

【0100】また、シリル化ペプチドは水溶液中でシリコンの乳化安定性を増加させるので、シリコンの作用を発揮しやすくと共に、シリコンの水溶性化粧品中での保存安定性を増加させる。

#### 【0101】

【実施例】つぎに、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。ただし、本発明はそれらの実施例のみに限定されるものではない。実施例中などにおける各成分の配合量はいずれも重量部であり、配合量が固形分量でないものについては、成分名のあとに括弧書きで固形分濃度を示す。また、以下の実施例などにおいて、濃度を示す%は重量である。

【0102】なお、実施例に先立ち、実施例中で行う毛髪の摩擦感（すべり効果）の試験法について記す。

【0103】〔毛髪の摩擦感測定〕毛髪の摩擦感はカトーテック社製の摩擦感テスターKSS-SEを用いて測

定した。なお、この装置は物体の表面摩擦感を平均摩擦係数として数値化できるものである。測定は、試験液で処理した毛束（長さ10cmで重さ1g）を上記テストの試料台に装着し、その上に摩擦子を載せて試料台を1mm/秒の速度で3cm移動させ、平均摩擦係数を求める。各試験液で処理した毛束の平均摩擦係数を処理前のそれと比較して、摩擦感の減少（すべり効果）を算出する。測定は各毛束について10回行い、その平均値を各毛束の平均摩擦係数とする。

#### 【0104】実施例1および比較例1～2

表1に示す組成の3種類のヘアリンスを調製し、それぞれのヘアリンスをシャンプーで洗浄した毛髪に使用して、毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、櫛通り性および毛髪の摩擦感（すべり効果）を調べた。

|   | 実施例1    | 比較例1    | 比較例2    |
|---|---------|---------|---------|
| シリル化加水分解ケラチン（ $n+m=10$ ）、（20%）            | 1.5     | 3.0     | 0       |
| ジメチルポリシロキサン                               | 0.3     | 0       | 0.6     |
| 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム                        | 1.5     | 1.5     | 1.5     |
| セタノール                                     | 2.0     | 2.0     | 2.0     |
| ポリオキシエチレンセチルエーテル                          | 2.0     | 2.0     | 2.0     |
| 2-オクチルドデカノール                              | 1.0     | 1.0     | 1.0     |
| プロピレングリコール                                | 5.0     | 5.0     | 5.0     |
| パラオキシ安息香酸エステル・フェノキシエタノール混合物（成和化成社製セイセプトG） | 0.3     | 0.3     | 0.3     |
| エデト酸二ナトリウム                                | 0.5     | 0.5     | 0.5     |
| 香料  | 適量      | 適量      | 適量      |
| 滅菌イオン交換水                                  | 計100とする | 計100とする | 計100とする |

【0107】上記ヘアリンスによる処理に先立ち、長さ15cmで重さ1gの毛束を市販のシャンプーで洗浄し、この洗浄後の毛束に対して、上記実施例1および比較例1～2のヘアリンスをそれぞれ2gずつ用いて処理し、お湯でゆすいだ。このシャンプー洗浄とリンス処理を6回繰り返した後、毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、櫛通り性を10人のパネラー（女性6人、男性4人）に評価させた。

【0105】これらの実施例1および比較例1～2におけるシリル化ペプチドとシリコンについて説明すると、実施例1においては、シリル化ペプチドとして、一般式（I）において、 $R^1=CH_3$ 、 $R^2=OH$ 、 $R^3=OH$ で、 $a=3$ 、 $m$ の平均値=0.6、 $n$ の平均値=4.4、 $m+n$ の平均値=5で、シリル官能基の導入率61%のシリル化加水分解ケラチンおよびジメチルポリシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコン社製SH200C-50cs（商品名）〕を配合し、比較例1では、シリル化加水分解ケラチンのみを配合し、また、比較例2では、ジメチルポリシロキサンのみを配合した。

#### 【0106】

【表1】

【0108】評価基準は、最も良いものを〔2点〕とし、2番目に良いものを〔1点〕とし、悪いものを〔0点〕として、表2にその結果を10人の平均値で示す。また、処理前後の平均摩擦係数を測定し、摩擦感の減少率を算出した。

#### 【0109】

【表2】

|                    | 実施例1  | 比較例1  | 比較例2  |
|--------------------|-------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の<br>まとまりやすさ | 1. 6  | 1. 4  | 0. 0  |
| 艶                  | 2. 0  | 1. 0  | 0. 0  |
| 潤い                 | 1. 8  | 1. 2  | 0. 0  |
| 櫛通り性               | 1. 7  | 1. 3  | 0. 0  |
| 平均摩擦係数             |       |       |       |
| 処理前                | 3. 44 | 3. 42 | 3. 42 |
| 処理後                | 3. 16 | 3. 28 | 3. 30 |
| 減少率 (%)            | 8. 14 | 4. 09 | 3. 51 |

【0110】表2に示すように、実施例1のヘアリンスは、比較例1～2のヘアリンスに比べて、毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、櫛通り性のいずれにおいても、評価値が高かった。また、摩擦感の減少率は、シリル化加水分解ケラチンとシリコーンを配合した実施例1は、シリル化加水分解ケラチンのみを配合した比較例1の約2倍、シリコーンのみを配合した比較例2の約2.3倍であった。

【0111】これらの実施例1および比較例1～2では、実施例1のシリル化ペプチドとシリコーンの合計量と、比較例1のシリル化ペプチドの量、比較例2のシリコーンの量は、いずれも同量であるが、上記のように、実施例1のヘアリンスで処理した場合の摩擦感の減少率が比較例1～2のヘアリンスで処理した場合の摩擦感の減少率より大きいということは、シリル化ペプチドとシリコーンとの併用による相乗効果であると考えられ、また、実施例1と比較例2の結果の対比から、シリル化ペ

プチドがシリコーンの毛髪への取着性の向上に寄与していることがわかる。

【0112】実施例2および比較例3～4

表3に示す組成の3種類のシャンプーを調製した。

【0113】実施例2においては、シリル化ペプチドとして、一般式 (II) において、 $R^1 = CH_3$ 、 $R^2 = OH$ 、 $R^3 = OH$ で、 $a = 3$ 、 $m$ の平均値=1.2、 $n$ の平均値=8.8、 $m+n$ の平均値=10で、シリル官能基の導入率62%のシリル化加水分解小麦タンパクとシリコーンとしてオクタメチルシクロテトラシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン社製SH244 (商品名)〕を配合し、比較例3では、シリル化加水分解小麦タンパクのみを配合し、比較例4では、オクタメチルシクロテトラシロキサンのみを配合している。

【0114】

【表3】

|   | 実施例2    | 比較例3    | 比較例4    |
|---|---------|---------|---------|
| シリル化加水分解小麦タンパク ( $m+n=10$ )、(20%)           | 10. 0   | 15. 0   | 0       |
| オクタメチルシクロテトラシロキサン                           | 1. 0    | 0       | 3. 0    |
| ポリオキシエチレン (10EO) ノニルフェニルエーテル                | 16. 0   | 16. 0   | 16. 0   |
| ラウリン酸ジエタノールアミド                              | 8. 0    | 8. 0    | 8. 0    |
| ラルリルジメチルアミノオキサイド                            | 2. 5    | 2. 5    | 2. 5    |
| パラオキシ安息香酸エステル・フェノキシエタノール混合物 (成和化成社製、セイセプトG) | 0. 5    | 0. 5    | 0. 5    |
| 香料  | 適量      | 適量      | 適量      |
| 滅菌イオン交換水                                    | 計100とする | 計100とする | 計100とする |

【0115】上記実施例2および比較例3～4のシャンプーを用いて、それぞれ長さ10cmで重さ1gの毛束



を洗浄した。洗浄には各シャンプー0.5gずつを使用し、温水を用いて洗浄後、温水ですすいだ後、ヘアドライヤーで乾燥した。この操作を5回繰り返した後、5人の女性パネラーに、洗浄後の毛髪の艶、潤い、なめらかさおよび櫛通り性を実施例1と同じ評価基準で評価させ

た。また、処理前後の平均摩擦係数を測定し、摩擦感の減少率を算出した。それらの結果を表4に平均値で示す。

【0116】

【表4】

|               | 実施例1 | 比較例1 | 比較例2 |
|---------------|------|------|------|
| 洗髪後の毛髪の<br>艶  | 2.0  | 1.0  | 0.0  |
| 潤い            | 2.0  | 1.0  | 0.0  |
| なめらかさ         | 1.8  | 1.2  | 0.0  |
| 櫛通り性          | 1.7  | 1.3  | 0.0  |
| 平均摩擦係数<br>処理前 | 3.38 | 3.35 | 3.41 |
| 処理後           | 3.18 | 3.19 | 3.32 |
| 減少率(%)        | 5.92 | 4.77 | 2.64 |

【0117】表4に示すように、シリル化加水分解小麦タンパクとシリコーンを配合した実施例2のシャンプーは、シリル化加水分解小麦タンパクのみを配合した比較例3のシャンプーやシリコーンのみを配合した比較例4のシャンプーに比べて、洗髪後の毛髪の、艶、潤い、櫛通り性のいずれにおいても評価値が高く、また、平均摩擦係数の減少率も最も大きかった。この結果から明らかなように、シリル化加水分解小麦タンパクとシリコーンを配合した実施例2のシャンプーは、シリル化加水分解小麦タンパクのみを配合した比較例3のシャンプーやシリコーンのみを配合した比較例4のシャンプーに比べて、毛髪に艶や潤いを付与し、毛髪の櫛通り性を改善する作用が優れていた。

【0118】実施例3および比較例5～6

表5に示す組成の3種類のパーマネントウェーブ用第1剤（実施例3および比較例5～6）を調製した。

【0119】実施例3では、シリル化ペプチドとして、一般式(I)において、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ がいずれもOHで、 $a=1$ 、 $m$ の平均値=0.5、 $n$ の平均値=5.5、 $m+n$ の平均値=6で、シリル官能基の導入率59%のシリル化加水分解大豆タンパクと、シリコーンとしてアモジメチコーンエマルジョン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン社製SM8702C（商品名）〕を配合し、比較例5では、シリル化加水分解大豆タンパクのみを配合し、比較例6では、シリコーンのみを配合している。

【0120】

【表5】

|                              | 実施例2    | 比較例3    | 比較例4    |
|------------------------------|---------|---------|---------|
| シリル化加水分解大豆タンパク (m+n=6)、(20%) | 10.0    | 20.0    | 0       |
| アモジメチコーンエマルジョン               | 2.0     | 0       | 4.0     |
| チオグリコール酸アンモニウム               | 12.0    | 12.0    | 12.0    |
| モノエタノールアミン                   | 1.8     | 1.8     | 1.8     |
| ポリオキシエチレン(15)ラウリルエーテル        | 0.5     | 0.5     | 0.5     |
| エデト酸二ナトリウム                   | 0.1     | 0.1     | 0.1     |
| アンモニア水(28%)                  | 1.6     | 1.6     | 1.6     |
| 香料                           | 適量      | 適量      | 適量      |
| 滅菌イオン交換水                     | 計100とする | 計100とする | 計100とする |

【0121】パーマメントウェーブ処理にあたっては、試験用毛束として長さ15cmの毛束を用い、第2剤には6%臭素酸ナトリウム水溶液を用いて、実施例3および比較例5～6のパーマメントウェーブ用第1剤により、それぞれ1回、3回、6回のパーマメントウェーブ処理を行い、処理後の毛髪の外観および触感について5名の女性パネラーに下記の評価基準で5段階評価させた。

#### 【0122】評価基準

- 5 : 非常に良い  
 4 : 良い  
 3 : 普通  
 2 : 悪い  
 1 : 非常に悪い

【0123】また、各毛束の摩擦感を測定し、平均摩擦係数も求めた。それらの結果を表6に示す。

#### 【0124】

【表6】

|                         | 実施例3  | 比較例5  | 比較例6  |
|-------------------------|-------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の外観<br>(艶、潤い)     |       |       |       |
| 1回処理                    | 4.6   | 4.2   | 2.4   |
| 2回処理                    | 4.6   | 4.0   | 2.2   |
| 3回処理                    | 4.4   | 4.0   | 2.0   |
| 処理後の毛髪の感触<br>(手触り、指通り感) |       |       |       |
| 1回処理                    | 4.6   | 4.2   | 2.8   |
| 3回処理                    | 4.6   | 4.2   | 2.8   |
| 6回処理                    | 4.4   | 4.0   | 2.4   |
| 平均摩擦係数                  |       |       |       |
| 処理前                     | 3.35  | 3.35  | 3.34  |
| 処理後                     | 4.27  | 4.32  | 4.41  |
| 増加率(%)                  | 27.46 | 28.95 | 32.03 |

【0125】表6に示すように、実施例3のシリル化加水分解大豆タンパクとシリコーンを配合したパーマメントウェーブ用第1剤を使用した場合は、シリル化加水分解大豆タンパクのみを配合した比較例5のパーマメント

ウェーブ用第1剤やシリコーンのみを配合した比較例6のパーマメントウェーブ用第1剤を使用した場合に比べて、処理後の毛髪の外観、感触とも評価値が高かった。また、平均摩擦係数は、いずれの毛束も処理後には増加

していて、これは、パーマメントウェーブ処理によって毛髪表面のキューティクルが損傷を受けたことによると考えられるが、平均摩擦係数の増加率はシリル化加水分解大豆タンパクとシリコーンを配合した実施例3が最も少なく、シリル化ペプチドやシリコーンが毛髪に収着して、毛髪のすべりを良くしていることが明らかにされていた。

【0126】これらの結果より、シリル化加水分解大豆タンパクとシリコーンの併用は、それぞれの単独の配合品より効果が大きいことが明らかである。

【0127】実施例4および比較例7～8

表7に示す組成の3種類のヘアクリームを調製し、それぞれのヘアクリームを用いた場合の毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、櫛通り性を調べた。

【0128】実施例4では、シリル化ペプチドとして、一般式(1)において、 $R^1 = CH_3$ 、 $R^2 = OH$ 、 $R^3 = OH$ で、 $a = 3$ 、 $m$ の平均値=1、 $n$ の平均値=4、 $m+n$ の平均値=5で、シリル官能基の導入率68%のシリル化加水分解酵母タンパクとシリコーンとしてポリエーテル変成シリコーンであるジエチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン)シロキサン共重合体〔東レ・ダウコーニング・シリコーン社製SH3760(商品名)〕を配合し、比較例7では、シリル化加水分解酵母タンパクのみを配合し、比較例8では、シリコーンのみを配合している。

【0129】

【表7】

|                                   | 実施例4    | 比較例7    | 比較例8    |
|-----------------------------------|---------|---------|---------|
| シリル化加水分解酵母タンパク ( $m+n=5$ )、(20%)  | 5.0     | 10.0    | 0       |
| ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン)シロキサン共重合体 | 1.0     | 0       | 2.0     |
| アヤコールHC-1209(成和化成社製乳化ワックスの商品名)    | 10.0    | 10.0    | 10.0    |
| ステアリン酸                            | 2.0     | 2.0     | 2.0     |
| 白色ワセリン                            | 5.0     | 5.0     | 5.0     |
| ラノリン                              | 3.0     | 3.0     | 3.0     |
| 流動パラフィン#70                        | 37.0    | 37.0    | 37.0    |
| パラオキシ安息香酸メチル                      | 0.1     | 0.1     | 0.1     |
| パラオキシ安息香酸ブチル                      | 0.1     | 0.1     | 0.1     |
| トリエタノールアミン                        | 1.0     | 1.0     | 1.0     |
| プロピレングリコール                        | 2.0     | 2.0     | 2.0     |
| 香料                                | 適量      | 適量      | 適量      |
| 滅菌イオン交換水                          | 計100とする | 計100とする | 計100とする |

【0130】上記ヘアクリームによる処理に先立ち、長さ15cmで重さ1gの毛束をペプチドを含有しない市販のシャンプーを用いて洗浄し、この洗浄後の毛束に対して、上記実施例4および比較例7～8のヘアクリームをそれぞれ0.1g用いてよくのぼしながら塗り付けた。上記シャンプー洗浄とヘアクリームによる処理とを5回繰り返した後、毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、

櫛通り性を10人のパネラー(女性7人、男性3人)に実施例1と同じ評価基準で評価させた。また、各毛束のヘアクリームによる処理前後の平均摩擦係数も測定した。それらの結果を表8に平均値で示す。

【0131】

【表8】

|               | 実施例4  | 比較例7 | 比較例8 |
|---------------|-------|------|------|
| 処理後の毛髪の<br>艶  | 2.0   | 1.0  | 0.0  |
| 潤い            | 2.0   | 1.0  | 0.0  |
| 櫛通り性          | 2.0   | 1.0  | 0.0  |
| 平均摩擦係数<br>処理前 | 3.40  | 3.45 | 3.47 |
| 処理後           | 2.92  | 3.19 | 3.16 |
| 減少率(%)        | 14.12 | 7.53 | 8.93 |

【0132】表8に示す結果から明らかなように、シリル化加水分解酵母タンパクとシリコーンを配合した実施例4のヘアクリームは、シリル化加水分解酵母タンパクを配合した比較例7のヘアクリームやシリコーンを配合した比較例8のヘアクリームに比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性のいずれにおいても、評価値が高く、また、毛髪の平均摩擦係数の減少率が最も大きく、シリル化加水分解酵母タンパクは毛髪への収着性が良く、シリコーンの毛髪への収着性向上に寄与していることが明らかにされていた。

【0133】実施例5および比較例9～10

表9に示す組成の3種類の染毛剤（第1剤）を調製した。

【0134】実施例5においては、シリル化ペプチドとして、一般式(II)において、 $R^1 = CH_3$ 、 $R^2 = OH$ 、 $R^3 = OH$ で、 $a = 3$ 、 $m$ の平均値=2、 $n$ の平均値=18、 $m+n$ の平均値=20で、シリル官能基の導入率67%のシリル化加水分解コラーゲンとシリコーンとしてメチルフェニルポリシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン社製SF557（商品名）〕を配合し、比較例9では、シリル化加水分解コラーゲンのみを配合し、比較例10では、メチルフェニルポリシロキサンのみを配合している。

【0135】

【表9】

|                                  | 実施例5    | 比較例5    | 比較例7    |
|----------------------------------|---------|---------|---------|
| シリル化加水分解コラーゲン ( $m+n=20$ )、(20%) | 7.5     | 15.0    | 0       |
| メチルフェニルポリシロキサン                   | 1.5     | 0       | 3.0     |
| p-フェニレンジアミン                      | 2.0     | 2.0     | 2.0     |
| レゾルシン                            | 1.6     | 1.6     | 1.6     |
| イソプロパノール                         | 10.0    | 10.0    | 10.0    |
| プロピレングリコール                       | 12.0    | 12.0    | 12.0    |
| オレイン酸                            | 20.0    | 20.0    | 20.0    |
| ビス-2-ヒドロキシエチルソルビタンアミン            | 9.0     | 9.0     | 9.0     |
| ヒドロキシエチルステアリアルアミド                | 6.0     | 6.0     | 6.0     |
| アンモニア水(28%)                      | 10.0    | 10.0    | 10.0    |
| 亜硫酸ナトリウム                         | 0.5     | 0.5     | 0.5     |
| エデト酸二ナトリウム                       | 0.5     | 0.5     | 0.5     |
| 滅菌イオン交換水                         | 計100とする | 計100とする | 計100とする |

【0136】第2剤には下記組成の溶液を用いた。

〔第2剤組成〕

ステアリン酸

【0137】

1.0重量部

モノステアリン酸グリセリン  
 ポリオキシエチレンオレイルエーテル (20EO)  
 過酸化水素水 (35%)  
 滅菌イオン交換水

【0138】実施例5および比較例9～10の染毛剤と上記第2剤を用いて、それぞれ重さ1gで長さ15cmの毛束を染毛した。染毛処理は、第1剤と第2剤を同量ずつ混合し、その混合物を毛束に塗付した後、30分間放置し、その後、温水ですすぎ、ついで2%ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル水溶液で洗浄すること

によって行った。染毛処理後、ヘアドライヤーで毛束を

1.5重量部  
 1.0重量部  
 15.5重量部  
 計100重量部にする

乾燥した後、毛髪の色染性、艶、潤いおよび櫛通り性を10人のパネラーに実施例3と同じ評価基準で評価させた。また、各毛束の染毛処理前後の平均摩擦係数も測定した。それらの結果を表10に示す。

【0139】

【表10】

|            | 実施例5  | 比較例9  | 比較例10 |
|------------|-------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の色染性 | 4.2   | 3.8   | 2.0   |
| 艶          | 4.6   | 3.4   | 2.4   |
| 潤い         | 5.0   | 3.8   | 2.0   |
| 櫛通り性       | 4.4   | 3.0   | 2.4   |
| 平均摩擦係数     |       |       |       |
| 処理前        | 3.38  | 3.37  | 3.36  |
| 処理後        | 4.32  | 4.44  | 4.48  |
| 増加率 (%)    | 27.81 | 31.75 | 33.33 |

【0140】表10に示すように、シリル化加水分解コラーゲンとシリコンを配合した実施例5の染毛剤は、シリル化加水分解コラーゲンのみを配合した比較例9の染毛剤やシリコンのみを配合した比較例10の染毛剤に比べて、染毛剤の色染性、艶、潤い、櫛通り性のいずれに関しても評価値が大きかった。

【0141】また、平均摩擦係数は、いずれの毛束も処理後には増加しているが、これは、実施例3の場合と同様に、染毛処理によって毛髪表面のキューティクルが損傷を受けたことによるものであると考えられるが、平均摩擦係数の増加率はシリル化加水分解コラーゲンとシリコンを配合した実施例5が最も少なく、シリル化ペプチドやシリコンが毛髪に収着して、毛髪のすべりを良くすることが明らかにされていた。

【0142】これらの結果より、シリル化加水分解コラーゲンとシリコンの併用は、それぞれの単独の配合品より効果が大きいことが明白であった。

【0143】〔シリル化ペプチド配合毛髪化粧料の保存

安定性〕上記各実施例で調製した毛髪化粧料を室温（15～25℃）で45日間保存し、沈殿や層分離が生じるか否かを目視により観察した。なお、実施例4のヘアクリームはクリーム状で沈殿や層分離の観察ができないため試験に供しなかった。また、比較のため、各実施例に対応する比較例の毛髪化粧料も同様の条件下で保存して沈殿や層分離の発生の有無を観察した。ただし、比較例10は調製時からシリコンオイルが乳化せず、分離していた。

【0144】評価は、沈殿や層分離が生じるか否かだけを調べ、その結果を沈殿や層分離が生じた場合は「+」で、沈殿や層分離が生じなかった場合を「-」で、表11に示す。ただし、シリル化ペプチドのみを配合した比較例1、3、5、9は保存安定性が良く、保存試験で濁りなどをまったく生じなかったため、表11には記載していない。

【0145】

【表11】

|          | 保 存 日 数 |    |    |    |
|----------|---------|----|----|----|
|          | 10      | 20 | 30 | 45 |
| 実 施 例 1  | —       | —  | —  | —  |
| 比 較 例 2  | —       | +  | +  | +  |
| 実 施 例 2  | —       | —  | —  | —  |
| 比 較 例 4  | —       | —  | +  | +  |
| 実 施 例 3  | —       | —  | —  | —  |
| 比 較 例 6  | —       | —  | +  | +  |
| 実 施 例 5  | —       | —  | —  | —  |
| 比 較 例 10 | +       | +  | +  | +  |

【0146】表11に示すように、実施例1～3および実施例5はいずれも45日間の保存で沈殿や層分離などをまったく生じなかったが、比較例2、比較例4、比較例6は、いずれも保存20日前後でシリコーンが原因と

思われる層分離が生じ、保存安定性に欠けていた。また、比較例10は、前述したように、調製時から層分離が生じていた。

フロントページの続き

(72)発明者 瀬川 江見

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内